

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-001329

(43)Date of publication of application : 06.01.1998

(51)Int.Cl.

C03C 3/087

C03C 21/00

// G11B 5/62

(21)Application number : 08-154339

(71)Applicant : NIPPON SHEET GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 14.06.1996

(72)Inventor : KOYAMA AKIHIRO
YAMAMOTO NOBUYUKI

(54) GLASS COMPOSITION FOR CHEMICAL STRENGTHENING AND CHEMICALLY STRENGTHED GLASS ARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a glass compsn. for chemical strengthening not contg. ZrO_2 , having a melting temp. and a working temp. fit for float foaming and ensuring satisfactory water and weather resistance after chemical strengthening treatment.

SOLUTION: This glass compsn. has a compsn. consisting of, by weight, 58-66% SiO_2 , 13-19% Al_2O_3 , 3-4.5% Li_2O , 6-13% Na_2O , 0-5% K_2O , 10-18% R_2O ($R_2O=Li_2O+Na_2O+K_2O$), 0-3.5% MgO , 1-7% CaO , 0-2% SrO , 0-2% BaO , 2-10% RO ($RO=MgO+CaO+SrO+BaO$), 0-2% TiO , 0-2% CeO_2 , 0-2% Fe_2O_3 , 0-1% MnO ($0.01 \leq TiO_2+CeO_2+Fe_2O_3+MnO \leq 3\%$) and 0.05-0.5% SO_3 .

BEST AVAILABLE COPY

【物件名】

刊行物 1

【添付書類】



刊行物 1

(18) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-1329

(43) 公開日 平成10年(1998)1月6日

(51) Int. Cl. ⁶	願別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 03 C 3/087			C 03 C 3/087	
21/00	101		21/00	101
G 11 B 5/62			G 11 B 5/62	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平8-154339

(22) 出願日 平成8年(1996)6月14日

(71) 出願人 000004008

日本板硝子株式会社

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

(72) 発明者 小山 昭浩

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(72) 発明者 山本 信行

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(74) 代理人 弁理士 大野 精市 (外1名)

(54) 【発明の名称】 化学強化用ガラス組成物および化学強化ガラス物品

(57) 【要約】

【課題】 ZrO_2 を含まずに、フロート成形に適した溶解温度および作業温度を有し、化学強化処理後の耐水性や耐候性が良好である化学強化用ガラス組成物を提供する。

【解決手段】 重量%で表して、 SiO_2 58~66%、 Al_2O_3 13~19%、 Li_2O 3~4.5%、 Na_2O 6~13%、 K_2O 0~5%、 R_2O 10~18% (ただし、 $R_2O = Li_2O + Na_2O + K_2O$)、 MgO 0~3.5%、 CaO 1~7%、 SrO 0~2%、 BaO 0~2%、 RO 2~10% (ただし、 $RO = MgO + CaO + SrO + BaO$)、 TiO_2 0~2%、 CeO_2 0~2%、 Fe_2O_3 0~2%、 MnO 0~1% (ただし、 $TiO_2 + CeO_2 + Fe_2O_3 + MnO = 0.01 \sim 3\%$)、 SO_2 0.05~0.5%の組成を有する化学強化用ガラス組成物である。

(2)

特開平 10-1329

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】重量%で表して、

SiO ₂	58~66%、
Al ₂ O ₃	13~19%、
Li ₂ O	3~4.5%、
Na ₂ O	6~13%、
K ₂ O	0~5%、
R ₂ O	10~18%、

(ただし、R₂O=Li₂O+Na₂O+K₂O)

MgO	0~3.5%、
CaO	1~7%、
SrO	0~2%、
BaO	0~2%、
RO	2~10%、

(ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaO)

TiO ₂	0~2%、
CeO ₂	0~2%、
Fe ₂ O ₃	0~2%、
MnO	0~1%、

(ただし、TiO₂+CeO₂+Fe₂O₃+MnO=0.01~3%)の組成を有することを特徴とする化学強化用ガラス組成物。【請求項 2】請求項 1 に記載の化学強化用ガラス組成物において、その 50~350℃の温度範囲における平均線熱膨張が $80 \times 10^{-7} / K$ 以上である化学強化用ガラス組成物。

【請求項 3】請求項 1 に記載の化学強化用ガラス組成物において、重量%で表して、

SiO ₂	60~66%、
Al ₂ O ₃	15~18%、
Li ₂ O	3~4.5%、
Na ₂ O	7.5~12.5%、
K ₂ O	0~2%、

(ただし、Li₂O+Na₂O+K₂O=11~17%)

MgO	0.5~3%、
CaO	2.5~6%、
SrO	0~2%、
BaO	0~2%、

(ただし、MgO+CaO+SrO+BaO=3~9%)

TiO ₂	0~2%、
CeO ₂	0~2%、
Fe ₂ O ₃	0~2%、
MnO	0~1%、

(ただし、TiO₂+CeO₂+Fe₂O₃+MnO=0.01~3%)の組成である化学強化用ガラス組成物。【請求項 4】請求項 3 に記載の化学強化用ガラス組成物において、その 50~350℃の温度範囲における平均線熱膨張が $84 \times 10^{-7} / K$ 以上である化学強化用ガラス組成物。

2

ス組成物。

【請求項 5】請求項 1 から 4 に記載の化学強化用ガラス組成物において、

前記ガラス組成物の溶融温度 (10⁴ poise の粘性を有する温度) が 1550℃以下で、作業温度 (10⁴ poise の粘性を有する温度) が 1100℃以下であり、かつ前記液相温度が前記作業温度以下である化学強化用ガラス組成物。

【請求項 6】請求項 5 に記載の化学強化ガラス物品において、

前記ガラス組成物の溶融温度 (10⁴ poise の粘性を有する温度) が 1540℃以下で、作業温度 (10⁴ poise の粘性を有する温度) が 1055℃以下であり、かつ前記液相温度が前記作業温度以下である化学強化用ガラス組成物。

【請求項 7】請求項 1 から 6 に記載の化学強化用ガラス組成物からなり、その表面近傍の Li イオンおよび/または Na イオンが Li イオンより大きなイオン半径を有する一価の金属イオンで置換され、表面近傍に圧縮応力を有することを特徴とする化学強化ガラス物品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、化学強化用ガラス組成物およびこのガラス組成物に化学強化を施した化学強化ガラス物品に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に化学強化ガラス物品は、ガラス組成中に含まれる一価の金属イオンよりイオン半径の大きな一価の金属イオンを含有する溶融塩中に浸漬され、ガラス中の金属イオンと溶融塩中の金属イオンとが交換されることにより製造される。

【0003】このような化学強化ガラス物品の用途の一つとして、情報記録媒体用の基板、特に磁気ディスク基板として用いられるようになってきた。このような磁気ディスクドライブの用途には、ガラスの熱膨張と固定用の金属治具との熱膨張のマッチングが必要であり、また長期保存および悪環境すなわち高温高湿下での使用に耐える耐候性が要求される。さらに磁気ディスク基板の用途では、使用される板厚の薄板化が進んでいる。これとともに、記録密度の増大のためにその表面の高平坦化が望まれているため、磁気ディスク基板をそれに適したフ

ロート法で成形することは有利な方法である。

【0004】現在、このような化学強化ガラス基板としては、フロート法により成形されたソーダライム組成のガラス基板に化学強化が施されて用いられている。しかしながら、前記ガラス基板は化学強化処理を施すと耐候性が著しく悪くなるため、高温多湿の環境での使用に問題があった。

【0005】ところで、耐候性の優れた化学強化ガラスとしては、米国特許 4,156,755 号にリチウム含

(3)

特開平10-1329

3

有イオン交換強化ガラスについての記載がある。前記公報、7項、2~15行目に、重量%で、59~63%の SiO_2 、10~13%の Na_2O 、4~5.5%の Li_2O 、15~23%の Al_2O_3 、2~5%の ZrO_2 を含有し、 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ が19~25%、 $\text{Na}_2\text{O} / \text{ZrO}_2$ が2.2~5.5であるガラス組成物が開示されている。

【0006】また、強化ガラスの製造方法としては、例えば特開昭62-187140号公報に記載されており、前記公報、第1項、左側5~16行目に重量%で、64~70%の SiO_2 、14~20%の Al_2O_3 、4~6%の Li_2O 、7~10%の Na_2O 、0~4%の MgO 、0~1.5%の ZrO_2 を含有する強化ガラスの製造方法について開示されている。

【0007】しかし、上記米国特許4,156,755号および特開昭62-187140号公報の実施例で示されたガラス組成物は、溶解および成形に高温を要し、フロート法にて製造するのは容易ではない。

【0008】他の化学強化ガラスとしては、特開平5-32431号公報に記載されており、前記公報、第2項、左側2~7行目に重量%で、62~75%の SiO_2 、4~12%の Na_2O 、4~10%の Li_2O 、5~15%の Al_2O_3 を含有し、かつ $\text{Na}_2\text{O} / \text{ZrO}_2$ の重量比が0.5~2.0であり、さらに $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{ZrO}_2$ の重量比が0.4~2.5である化学強化ガラス物品について開示されている。前記公報に開示された組成には多量の ZrO_2 が含まれており、溶融炉を用いて製造する場合、炉内で ZrO_2 の結晶が析出し易く、品質上に問題があった。

【0009】自動車、航空機等の風防用に適した化学強化ガラスとして、特公昭47-1312号に、リチウムまたはナトリウムアルミノシリケートガラスシートおよびその製造方法が開示されている。前記公報、第3項右側29~34行目に、特に適当なガラス組成物は、内部部分が酸化物基準重量で、2~6% Li_2O 、5~10% Na_2O 、15~25% Al_2O_3 および60~70% SiO_2 からなり、 Li_2O 、 Na_2O 、 Al_2O_3 および SiO_2 の総和が組成物の少くとも95重量%である、との記載がある。前記公報の第3項第1表の3に記載されている前記組成範囲に含まれる実施例は、溶解および成形に高温を要しフロート成形にて高品質なガラスを製造するのは困難である。

【0010】また、強化ガラスの製造方法および強化ガラスが英国特許1322510号公報に開示されている。前記公報の一つの目的として、第1項61~75行目に、Froucault process, Pennvernon or Pittsburgh process, Colburn processでのガラスシート製造が可能な組成を提供することであり、このためのガラス組成の条件として歪点が450~550℃、作

4

業温度が980~1150℃、液相温度が1100℃以下との記載がある。前記公報記載の実施例の組成物は、作業温度が高い、液相温度が作業温度より高くフロート法による成形に適さない、化学強化ガラスの耐候性が悪い等の問題点があった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、溶融炉を用いて製造する場合に問題となる ZrO_2 を含まずに、さらにフロート成形に適した溶解温度および作業温度を有し、さらに化学強化処理後の耐水性や耐候性が良好である化学強化用ガラス組成物を提供することを目的とする。さらに、金属製品と組み合わせて使用することが可能な膨張係数を有する化学強化用ガラス組成物を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記従来技術の課題および要求に基づいて行われたものであり、重量%で表して、

SiO_2	58~66%、
Al_2O_3	13~19%、
Li_2O	3~4.5%、
Na_2O	6~13%、
K_2O	0~5%、
R_2O	10~18%、
(ただし、 $\text{R}_2\text{O} = \text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$)	
MgO	0~3.5%、
CaO	1~7%、
SrO	0~2%、
BaO	0~2%、
RO	2~10%、
(ただし、 $\text{RO} = \text{MgO} + \text{CaO} + \text{SrO} + \text{BaO}$)	
TiO_2	0~2%、
CeO_2	0~2%、
Fe_2O_3	0~2%、
MnO	0~1%、

(ただし、 $\text{TiO}_2 + \text{CeO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MnO} = 0.01\sim3\%$)の組成を有する化学強化用ガラス組成物である。

【0013】さらに、その50~350℃の温度範囲における平均線熱膨張が $80 \times 10^{-7} / \text{K}$ 以上であることが好ましい。

【0014】また、重量%で表して、

SiO_2	60~66%、
Al_2O_3	15~18%、
Li_2O	3~4.5%、
Na_2O	7.5~12.5%、
K_2O	0~2%、
(ただし、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} = 11\sim17\%$)	
MgO	0.5~3%、
CaO	2.5~6%、

(4)

特開平 10-1329

5
 SrO 0~2%、
 BaO 0~2%、
 (ただし、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{SrO} + \text{BaO} = 3 \sim 9$ %)
 TiO_2 0~2%、
 CeO_2 0~2%、
 Fe_2O_3 0~2%、
 MnO 0~1%、
 (ただし、 $\text{TiO}_2 + \text{CeO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{MnO} = 0.01 \sim 3$ %) の組成である化学強化用ガラス組成物である。 10

【0015】さらに、その50~350℃の温度範囲における平均線熱膨張が $84 \times 10^{-7} / \text{K}$ 以上であることが好ましい。

【0016】またさらに、上述の化学強化用ガラス組成物において、前記ガラス組成物の熔融温度(10⁴ poiseの粘性を有する温度)が1550℃以下で、作業温度(10⁴ poiseの粘性を有する温度)が1100℃以下であり、かつ前記液相温度が前記作業温度以下である化学強化用ガラス組成物である。

【0017】さらには、前記ガラス組成物の熔融温度(10⁴ poiseの粘性を有する温度)が1540℃以下で、作業温度(10⁴ poiseの粘性を有する温度)が1055℃以下であり、かつ前記液相温度が前記作業温度以下であることが好ましい。

【0018】さらに本発明は、上述した化学強化用ガラス組成物からなり、その表面近傍のLiイオンおよび/またはNaイオンがLiイオンより大きなイオン半径を有する一価の金属イオンで置換され、表面近傍に圧縮応力を有することを特徴とする化学強化ガラス物品である。 30

【0019】以下に、本発明の化学強化ガラス物品の組成の限定理由について説明する。 SiO_2 はガラスを形成するための主要成分であり、必須の構成成分である。その割合が58%未満であると、イオン交換後の耐水性が悪化する。一方、66%を超えるとガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融や成形が困難となるとともに、膨張係数が小さくなりすぎる。このため、 SiO_2 の範囲としては58~66%が好ましく、さらに60~66%が好ましい。

【0020】 Al_2O_3 はイオン交換速度を速めるため、およびイオン交換後の耐水性を向上するために必須の構成成分である。その割合が13%未満では、その効果が不十分である。一方、19%を超えるとガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融や成形が困難となるとともに、膨張係数が小さくなりすぎる。このため、 Al_2O_3 の範囲としては13~19%が好ましく、さらに15~19%が好ましい。

【0021】 Li_2O はイオン交換を行うための必須の構成成分であるとともに、溶解性を高める成分である。 50

6
 その割合が3%未満では、イオン交換後の表面圧縮応力が十分得られず、また溶解性も悪い。一方、4.5%を超えるとイオン交換後の耐水性が悪化するとともに、液相温度が上がり、成形が困難となる。このため、 Li_2O の範囲としては、3~4.5%が好ましい。

【0022】 Na_2O は溶解性を高める成分である。その割合が6%未満では、その効果が不十分である。一方、13%を超えるとイオン交換後の耐水性が悪化する。このため、 Na_2O の範囲としては6~13%が好ましく、さらに7.5~12.5%が好ましい。

【0023】 K_2O は溶解性を高める成分であるが、イオン交換後の表面圧縮応力が低下するため必須成分ではない。このため、 K_2O の範囲としては5%以下が好ましく、さらに2%以下が好ましい。

【0024】さらに、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ の合計 R_2O が、9%未満ではガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融や成形が困難となると共に膨張係数が小さくなりすぎる。一方、18%を超えるとイオン交換後の耐水性が悪化する。このため、 $\text{Li}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ の合計 R_2O の範囲は9~18%が好ましく、さらに10~17%が好ましい。 20

【0025】 MgO は溶解性を高める成分であるが、3.5%を超えると液相温度が上がり、成形が困難となる。このため MgO は3.5%以下が好ましく、さらに0.5~3%が好ましい。

【0026】 CaO は溶解性を高める成分であるとともに、イオン交換速度を調整するための必須成分である。その割合が1%未満ではその効果が十分でない。一方、7%を超えると液相温度が上がり、成形が困難となる。このため、 CaO の範囲は1~7%が好ましく、さらに2.5~6%が好ましい。 30

【0027】 SrO や BaO は、溶解性を高める成分であるとともに液相温度を下げるのに有効な成分である。しかし、ガラスの密度が大きくなるとともに、原料代のアップの要因となるので、 SrO や BaO はそれぞれ2%以下が好ましく、さらに1%以下が好ましい。

【0028】さらに、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{SrO} + \text{BaO}$ の合計 RO が、2%未満ではガラス融液の粘性が高くなりすぎ、熔融、成形が困難となり、10%を超えると液相温度が上がり、成形が困難となる。このため、 $\text{MgO} + \text{CaO} + \text{SrO} + \text{BaO}$ の合計 RO の範囲としては2~10%が好ましく、さらに3~9%が好ましい。 40

【0029】 Fe_2O_3 はガラス融液中で Fe^{3+} と Fe^{2+} が平衡状態にあり、これらのイオンが融液中の光の透過率、特に赤外域の透過率を大きく左右する。全鉄を Fe_2O_3 に換算して2%以上では赤外域の吸収が大きくなりすぎ、熔融や成形時にガラスの温度分布をコントロールできなくなり、品質の悪化を招く。このため、全鉄は Fe_2O_3 として2%以下が好ましい。

【0030】 TiO_2 、 CeO_2 、 MnO は Fe^{2+} と Fe^{3+} の平衡状態にあり、これらのイオンが融液中の光の透過率、特に赤外域の透過率を大きく左右する。全鉄を Fe_2O_3 に換算して2%以上では赤外域の吸収が大きくなりすぎ、熔融や成形時にガラスの温度分布をコントロールできなくなり、品質の悪化を招く。このため、全鉄は Fe_2O_3 として2%以下が好ましい。

(5)

特開平 10-1329

7

* の平衡状態を変化させ、また相互作用することにより光の透過率を変化させるのに有効な成分である。しかし、過剰に含有するとガラス素地品質が悪化するとともに、原料代のアップにつながるため、 TiO_2 の範囲としては 3% 以下が好ましく、さらに 2% 以下が好ましい。また、 CeO_2 、 MnO の範囲としては 1% 以下が好ましい。

【0031】本発明の化学強化用ガラス組成物には、以上の成分の他に本発明の特性を損なわない範囲で、 NiO 、 Cr_2O_3 、 CoO 等の着色剤、および SO_2 、 As_2O_3 、 Sb_2O_3 等の清澄剤を含有することができる。

【0032】このうち、 SO_2 は清澄剤として用いる硫酸塩に起因するものであり、硫酸塩を清澄剤に用いる場合は、ガラス中の残存量が 0.05% 未満では清澄の効果が十分でない。一方、残存量が 0.5% を越えても清澄の効果は同等であり、さらにガラス溶融時の排ガス中に含まれる SO_x が増加するので、環境上好ましくない。このため、ガラス中に残存する SO_2 は 0.05% ~ 0.5% が好ましい。

【0033】また、一般に清澄剤として用いられる As_2O_3 、 Sb_2O_3 はその毒性より 1% 以下が好ましく、不純物からの混入する量以下、すなわち 0.1% 以下とするのが望ましい。

【0034】また、揮発性の高い Br_2O_3 、 ZnO 、 P_2O_5 、 PbO 等は、ガラス溶解炉のレンガを浸食するとともに、揮発成分が炉の天井に凝集し、レンガとともに

8

ガラス上に落下するなど品質を悪化させるので、不純物からの混入する量以下、すなわち 0.1% 以下とするのが好ましい。

【0035】本発明の化学強化用ガラス組成物を用いて、溶融・成形した基板を円板加工し、さらに荒研磨・化学強化・精密研磨をして、磁気ディスク基板とすることができる。この場合、金属製の固定治具との膨張係数のマッチングが必要である。このとき、その 50~350℃ の温度範囲における平均熱膨張係数が $80 \times 10^{-7} / \text{K}$ 以上が好ましく、さらに $84 \times 10^{-7} / \text{K}$ 以上が望ましい。

【0036】ガラスの粘性は、高品質ガラスを溶解するには、溶融温度すなわち 10^4 poise の粘性を有する温度が 1550℃ 以下が好ましく、さらに 1540℃ 以下が望ましい。また、高平坦度のシート状に成形するには、特にフロート法にて成形するには、作業温度すなわち 10^4 poise の粘性を有する温度が 1100℃ 以下、かつ液相温度が作業温度以下であることが好ましく、さらに作業温度が 1055℃ 以下、かつ液相温度が作業温度以下であることが望ましい。

【0037】

【発明の実施の形態】

(実施例) 本発明における 5 種の実施例である組成物、およびガラスの特性を表 1 に示す。

【0038】

【表 1】

(6)

特開平 10-1329

9

10

(表 1) 各実施例の組成および特性

		実施例				
		1	2	3	4	5
組成	SiO ₂	61.5	62.5	63.0	63.1	64.3
	ZrO ₂	—	—	—	—	—
	Al ₂ O ₃	16.8	16.8	16.3	16.3	17.2
	Li ₂ O	2.7	2.7	2.7	2.7	4.1
	Na ₂ O	10.6	10.6	10.6	10.6	9.2
	K ₂ O	0.6	0.3	0.4	0.4	0.4
	(R ₂ O*)	(14.6)	(14.6)	(14.7)	(14.7)	(13.7)
	MgO	2.3	2.1	1.9	1.7	0.6
	CaO	4.6	4.2	3.8	3.4	2.3
	SrO	—	—	—	—	1.0
	BaO	—	—	—	—	0.4
	(RO**)	(5.9)	(5.3)	(5.7)	(5.1)	(4.2)
	TiO ₂	0.02	0.02	0.02	0.02	0.12
	Fe ₂ O ₃	0.08	0.08	0.08	0.08	0.22
	CeO ₂	—	—	—	0.60	—
特性	MnO	0.10	—	—	—	—
	SO ₂	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21
	合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
	融点 (°C)	1487	1500	1522	1538	1521
	作業点 TW (°C)	1014	1028	1039	1043	1049
	歪点 (°C)	473	467	469	468	471
	液相温度 TL (°C)	990	969	1001	988	973
	TW-TL (°C)	24	54	37	54	76
	膨張係数 × 10 ⁻⁷ (1/K)	91	90	90	91	95
	1/E 換 耐水性	—	—	—	—	—
	全溶出量 (μg/cm ²)	0.7	0.6	0.7	0.6	0.8
	応力層深さ (μm)	60	62	62	58	70
	応力 (kg/mm ²)	14	16	13	18	21

*: R₂O = Li₂O + Na₂O + K₂O

**: RO = MgO + CaO + SrO + BaO

【0039】まず、実施例1について説明する。表1に示した組成となるように通常のガラス原料であるシリカ、アルミナ、炭酸リチウム、炭酸ナトリウムを用いて、バッチを調合した。調合したバッチは白金のつぼを用いて1450℃で4時間溶融し、鉄板上に流し出した。このガラスを500℃の炉で30min保持した後、炉の電源を切り、室温まで放冷し、試料ガラスとした。

【0040】試料ガラスの特性として、溶融温度 (log η = 2 の温度)、作業温度 (TW: log η = 4 の温度)、液相温度 (TL)、作業温度と液相温度との差 (TW-TL) および歪点 (log η = 14.5 の温度) の測定結果を表1に示す。

【0041】高温域の粘性は白金球引き上げ式自動粘度測定装置にて、また歪点はビーム曲げ式粘度測定装置により測定した。

【0042】液相温度は次のようにして測定した。試料ガラスを粉砕し、2380 μm のフルイを通過し、1000 μm のフルイ上にとどまったガラス粒をエタノールに浸漬し、超音波洗浄した後、恒温槽で乾燥させた。幅12mm、長さ200mm、深さ10mmの白金ボート上に前記ガラス粒25gをほぼ一定の厚さになるよう入

れ、900~1150℃の勾配炉内に2時間保持した後、炉から取り出し、ガラス内部に発生した欠陥を40倍の光学顕微鏡にて観察し、発生した最高温度をもって液相温度とした。

【0043】イオン交換後の特性として、表面応力、表面応力層深さ、耐水性の測定結果を表1に示す。イオン交換は、試薬1級の硝酸ナトリウム40%と試薬1級の硝酸カリウム60%の混合溶融塩中にガラスを浸漬し、380℃で1時間保持して行った。表面応力、表面応力層深さはイオン交換処理したガラスの薄片を作製し、偏光顕微鏡を用いて測定した。耐水性は、上記試料ガラスを50×100×2mmに切り出し、鏡面研磨した板をイオン交換し、この板を20mlの精製水とともにビニール袋に入れ、60℃で120時間保持した後、精製水中に溶出したガラス成分量を測定し、単位面積当たりの溶出量として求めた。

【0044】実施例2~5も実施例1と同様の方法で試料ガラスを作製し、実施例1と同様にしてガラスの特性およびイオン交換後の特性を測定した。

【0045】いずれの実施例においても、溶融温度は1550℃以下で、作業温度は1100℃以下であり、さらに液相温度は作業温度より低いガラス組成物が得られ

(7)

特開平10-1329

11

た。したがって、このガラス組成物は、失透、脈理やスジの発生が少なく、高品質のガラスが得られ、溶解性および成形性も優れていることがわかった。さらに、フロート法による成形が可能ことが確認された。また当然ではあるが、 ZrO_2 を含まないので、溶融の際に ZrO_2 の結晶が析出することもない。

【0046】また、イオン交換後の耐水性テストにおける
(表2) 各比較例の組成および特性

12

* 重量減は $1 \mu g/cm^2$ 以下と優れていることがわかった。

【0047】(比較例) 一方、本発明に含まれない4種の比較例である組成物、およびガラスの特性を表2に示す。

【0048】
【表2】

		比較例				
		1	2	3	4	5
組成	SiO_2	61.9	65.5	68.0	67.1	72.8
	ZrO_2	4.0	1.0	6.0		
	Al_2O_3	18.1	17.0	13.0	15.0	1.4
	Li_2O	5.0	5.0	8.0	3.4	
	Na_2O	11.0	8.5	5.0	10.0	13.1
	K_2O					0.7
	(RO)	(16.0)	(13.5)	(13.0)	(13.4)	(12.8)
	MgO		3.0		4.0	4.1
	CaO					8.1
	SrO					
	BaO					
	(RO)	(0.0)	(3.0)	(0.0)	(4.0)	(12.2)
	TiO_2					0.1
	Fe_2O_3					
特性	CeO_2					
	MnO					0.2
	SO_2					
	合計	100.0	100.0	100.0	99.5	100.0
	溶融点 (°C)	1615	1590	1510	1555	1488
	作業点 T_W (°C)	1089	1095	1054	1082	1047
	変点 (°C)	480	482	483	477	500
	液相温度 T_L (°C)	914	988	1086	997	1015
	$T_W - T_L$ (°C)	185	107	-32	85	32
	膨張係数 $\times 10^{-4} (1/K)$	100	92	93	83	88
	1/2 浸 耐水性					
	全形出量 ($\mu g/cm^2$)	0.9	0.7	1.1	0.8	19.8
	応力層深さ (μm)	210	169	167	187	11.7
	圧力 (kg/mm^2)	38	36	59	59	86

+: $RO = Li_2O + Na_2O + K_2O$

+: $RO = MgO + CaO + SrO + BaO$

【0049】比較例1、2、3および4は本特許請求範囲に含まれない組成である。実施例1と同様の方法で試料ガラスを作製し、ガラスの特性およびイオン交換後の特性を測定した。ただし、イオン交換は試薬1級の硝酸ナトリウム40%と試薬1級の硝酸カリウム60%の混合溶融塩中にガラスを浸漬し、380℃で3時間保持して行った。

【0050】比較例1は米国特許4,156,755号の実施例18に記載された組成であり、溶融点は1615℃と高いので、失透、脈理やスジの発生が少ない高品質のガラスを製造するのが容易ではない。

【0051】比較例2は特開昭62-187140号公報の実施例1に記載された組成であり、溶融点は1590℃以上と高いので、失透、脈理やスジの発生が少ない高品質のガラスを製造するのが容易ではない。

【0052】比較例3は特開平5-32431号公報の実施例4に記載された組成であり、作業温度に比べ液相温度が高いので、ガラスの成形が困難である。

【0053】比較例4は英国特許1322510号公報の実施例6に記載された組成であり、溶融点は1555℃以上と高いので、失透、脈理やスジの発生が少ない高品質のガラスを製造するのが容易ではない。

【0054】比較例5は前記市販のソーダライムガラスであり、実施例1と同様の方法で試料ガラスを作製し、ガラスの特性およびイオン交換後の特性を測定した。ただし、イオン交換は試薬1級の硝酸カリウムの溶融塩中にガラスを浸漬し470℃で3時間保持して行った。イオン交換後の耐水性テストにおける重量減は $20 \mu g/cm^2$ であり、本発明の実施例の20倍以上の溶出があり、耐水性が悪い。

(8)

特開平 10-1329

13

【0055】（応用例）上記実施例 1 から 5 の化学強化用ガラス組成物を溶融し、シート状に成形した素板を、外径 65×内径 20mm のドーナツ状に加工した。さらに荒研磨した後、化学強化を施し精密研磨し所定の板厚にして、磁気ディスク基板を作製した。

【0056】また、実施例 3 の組成物を溶融し、フロート法にて成形して基板を作製した。この素板を上述したようにして、磁気ディスク基板を作製した。なお、この基板は元々の素板がフロート法によって製造されているため、反りの程度が小さく平坦性に優れていた。

【0057】以上のようにして作製した磁気ディスク基板を用いて、磁気ディスク媒体を作製した。媒体の作製はスパッタリング法により行った。まず、精密に洗浄した基板に、下地層として Cr を、記録層として Co-Cr-Ta を、保護層として C を、それぞれスパッタリング法で形成した。さらに潤滑層を形成して、磁気ディスク媒体とした。このようにして得た媒体を、密閉型の磁気ディスクドライブに装着し、連続稼動させた。この場

14

合、モータからの発熱やディスク表面の空気との摩擦で、ドライブ内部には温度上昇が発生していたが、金属製の固定治具との膨張係数のマッチングがとれているため、何ら問題を生じることはなかった。

【0058】

【発明の効果】以上のように本発明の化学強化用ガラス組成物によれば、高品質なガラス素板の製造が容易であり、さらに化学強化処理後の耐水性も良好な化学強化ガラス物品が得られる。

10 【0059】さらに、本発明の化学強化用ガラス組成物では、その液相温度が作業温度より低く、溶解性および成形性に優れているため、フロート法にて製造することが可能である。したがって、フロート法の特徴である高平坦性を有している高品質なガラス素板を容易に得ることができる。

【0060】またさらに、金属製の固定治具との膨張係数のマッチングをとることが可能なため、情報記録媒体の基板等への応用が可能である。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.